# GLASS SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING MEDIUM, ITS PRODUCTION AND INFORMATION RECORDING MEDIUM

Publication number: JP2001026460

Also published as: US6440531 (B

**Publication date:** 

2001-01-30

Inventor:

KURACHI JUNJI; KOYAMA AKIHIRO; YAMAMOTO NOBUYUKI; SAITO YASUHIRO; MITANI KAZUISHI;

ATAKA KOICHI; MATSUNO YOSHIHIRO

**Applicant:** 

NIPPON SHEET GLASS CO LTD

Classification:

- international:

C03C3/087; C03C15/00; C03C15/02; C03C19/00; C03C21/00; G11B5/73; G11B5/84; C03C3/076; C03C15/00; C03C19/00; C03C21/00; G11B5/62; G11B5/84; (IPC1-7): C03C15/00; C03C3/087; C03C15/02; C03C19/00; C03C21/00; G11B5/73;

G11B5/84

- European:

C03C15/00; C03C15/02; G11B5/73N

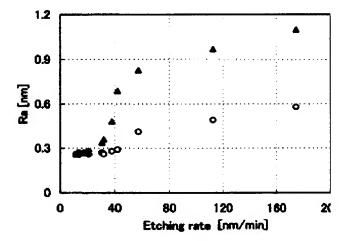
Application number: JP20000139675 20000512

Priority number(s): JP20000139675 20000512; JP19990132371 19990513

Report a data error he

#### Abstract of JP2001026460

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a glass substrate high in cleanness and smoothness and suitable for high density recording by specifying the acid resistance of the glass substrate and the average surface roughness of the recording surface of the glass substrate. SOLUTION: At least one of the surfaces of the glass substrate is used as the recording surface, and the glass substrate has the acid resistance such that the etching rate is not more than 45 nm/min when it is brought into contact with 0.1 wt.% hydrofluoric acid at 50 deg.C and the average surface roughness Ra of the recording surface is less than 0.3 nm. The glass composition satisfying an etching rate condition in the case of 0.1 wt.% hydrofluoric acid is preferably comprised of, by molar percentage, 63 to 70% SiO2, 4 to 11% Al2O3, 5 to 11% Li2O, 6 to 14% Na2O, 0 to 2% K2O, 0 to 6% MgO, 1 to 9% CaO, 0 to 3% SrO, 0 to 2% BaO, 0 to 5% TiO2, and 0 to 2.5% ZrO, with the proviso that the difference of the amounts of SiO2 and Al2O3 (SiO2-Al2O3) is not less than 56.5% and the amount of RO (RO=MgO+CaO+SrO+BaO) is 2 to 15%.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-26460 (P2001-26460A)

(43)公開日 平成13年1月30日(2001.1.30)

識別記号	FI	テーマュード( <del>参考</del> )
	C 0 3 C 15/00	В
	3/087	
	15/02	
	19/00	Z
101	21/00	101
審査請求	未請求 請求項の数15 O	L (全 11 頁) 最終頁に続く
特願2000-139675(P2000-139675)	(71)出顧人 000004008	
	日本板硝子	株式会社
平成12年5月12日(2000.5.12)	大阪府大阪	市中央区道修町3丁目5番11号
	(72)発明者 倉知 淳虫	2
特願平11-132371	大阪府大阪	市中央区道修町3丁目5番11号
平成11年5月13日(1999.5.13)	日本板矿	行株式会社内
日本(JP)	(72)発明者 小山 昭治	
		市中央区道修町3丁目5番11号
		<del>背子株式会</del> 社内
	<b>弁理士 小</b>	山 有
		最終頁に続く
	101 審査請求 特願2000-139675(P2000-139675) 平成12年5月12日(2000.5.12) 特願平11-132371 平成11年5月13日(1999.5.13)	C 0 3 C 15/00 3/087 15/02 19/00 1 0 1 21/00 審査請求 未請求 請求項の数15 〇 特顧2000-139675(P2000-139675) (71)出顧人 000004008 日本板硝子 平成12年5月12日(2000.5.12) (72)発明者 倉知 淳史 特願平11-132371 平成11年5月13日(1999.5.13) 日本板碗 日本板碗子 (72)発明者 合知 淳史 大阪府大阪 (72)発明者 のの0004008 (72)発明者 合知 淳史 大阪府大阪 日本板碗子

(54) 【発明の名称】 情報記録媒体用ガラス基板、情報記録媒体用ガラス基板の製造方法及び情報記録媒体

# (57)【要約】

【課題】 酸処理により容易に高清浄度、高平滑性が得られる情報記録媒体用ガラス基板を提供する

【解決手段】 酸処理後のアルカリ洗浄において基板の平滑性(表面平均粗さ)をRa<0.3 nmに保つためには、耐酸性の指標として、基板用ガラスの温度50℃における0.1重量%フッ酸水溶液によるエッチングレートが45nm/min以下であることが必要である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一面側を記録面とした情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性 は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた 時のエッチングレートが45nm/min以下で、且つ ガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ(Ra) は、Ra<0.3nmであることを特徴とする情報記録 媒体用ガラス基板。

【請求項2】 少なくとも一面側を記録面とした情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性 10 は、温度50℃、濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた 時のエッチングレートが30nm/min以下で、且つ ガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ(Ra) は、Ra<0.3nmであることを特徴とする情報記録 媒体用ガラス基板。

【請求項3】 請求項1または請求項2に記載の情報記 録媒体用ガラス基板において、記録面内で任意に選んだ  $50 \mu m \times 50 \mu m$ のエリア内での高さ3 n m以上の凸 部の数が500個以下であることを特徴とする情報記録 媒体用ガラス基板。

【請求項4】 請求項1乃至請求項3に記載の情報記録 媒体用ガラス基板において、このガラス基板はSiO2と A12O3を含み、それぞれのモル分率 (mol%) の差 (S iO2-A12O3) が56.5mo1%以上であることを特徴 とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項5】 請求項4に記載の情報記録媒体用ガラス 基板において、このガラス基板はSiO2とA12O3を含 み、それぞれのモル分率 (mol%) の差 (SiO2-Al2 O3) が58. 5mol%以上であることを特徴とする情報 記録媒体用ガラス基板。

【請求項6】 請求項4または請求項5に記載の情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割 合(モル分率)は以下の通りであることを特徴とする情 報記録媒体用ガラス基板。

 $SiO2 : 63 \sim 70 mol\%$ 

A12O3:  $4 \sim 1.1 \text{ mol}\%$ 

Li2O:  $5 \sim 1.1 \text{ mol}\%$ 

Na2O :  $6 \sim 1.4 \, \text{mol} \%$ 

K2O :  $0 \sim 2 \text{ mol}\%$ 

 $MgO : 0 \sim 6 mol\%$ 

CaO:  $1 \sim 9 \text{ mol } \%$ 

SrO :  $0 \sim 3 \text{ mol}\%$ 

BaO:  $0 \sim 2 \text{mol}\%$ 

 $TiO2: 0 \sim 5 mol\%$  $ZrO2 : 0 \sim 2.5 mol\%$ 

:  $2 \sim 1.5 \, \text{mol} \%$ RO

ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

【請求項7】 請求項4または請求項5に記載の情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割 合 (モル分率) は以下の通りであることを特徴とする情 50 3 nmに保つようにしたことを特徴とする情報記録媒体

報記録媒体用ガラス基板。

 $SiO2 : 6.3 \sim 7.0 \text{ mol}\%$ 

A12O3:  $6 \sim 1.1 \text{ mol}\%$ 

Li2O:  $5 \sim 1.1 \text{ mol}\%$ 

Na2O :  $6 \sim 1.4 \, \text{mol} \%$ 

K2O:  $0 \sim 2 \text{ mol}\%$ 

TiO2:

 $0 \sim 2$ . 5 mol%ZrO2: $2 \sim 1 \text{ 2 mol}\%$ 

RO

ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

 $0 \sim 5 \text{ mol}\%$ 

MgO :  $0 \sim 4.5 \text{ mol}\%$ 

CaO :  $2 \sim 7.5 \text{ mol}\%$ 

SrO :  $0 \sim 3 \text{ mol}\%$ 

BaO:  $0 \sim 2 \text{ mol}\%$ 

その他: 0~3mo1%

【請求項8】 請求項4または請求項5に記載の情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の成分割 合 (モル分率) は以下の通りであることを特徴とする情 報記録媒体用ガラス基板。

20 SiO2:  $6.3 \sim 7.0 \text{ mol}\%$ 

Al2O3:  $6 \sim 1 \text{ 1 mol}\%$ 

Li2O:  $5 \sim 1.1 \text{ mol}\%$ 

Na2O :  $6 \sim 1.4 \text{ mol}\%$ 

 $K2O : 0 \sim 2 \text{ mo} 1\%$ 

 $TiO2: 0\sim 3 mo1\%$ 

ZrO2: $0 \sim 2 \text{ mol}\%$  $2 \sim 1 \text{ 2 mol }\%$ RO:

ただし、RO=MgO+CaO+SrO+BaOで、

 $MgO : 0 \sim 4.5 mol\%$ 

30 CaO:  $2 \sim 7.5 \text{ mol}\%$ 

SrO :  $0 \sim 3 \text{ mol}\%$ 

BaO:  $0 \sim 2 \text{ mol}\%$ 

その他: 0~3 mo1%

【請求項9】 請求項1乃至請求項8に記載の情報記録 媒体用ガラス基板において、このガラス基板の表面はイ オン交換による化学強化が施されていることを特徴とす る情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項10】 請求項1乃至請求項9に記載の情報記 録媒体用ガラス基板において、このガラス基板は酸によ 40 って表面の異物が除去された後に、酸処理により形成さ れた表面の異質層をアルカリ処理により除去したこと特 徴とする情報記録媒体用ガラス基板。

【請求項11】 温度50℃で濃度0.1wt%のフッ酸 に接触させた時のエッチングレートが45nm/min 以下となる組成の原料を溶融せしめた後所定形状の基板 に成形し、次いで、この基板表面を研磨粉を用いて研磨 し、この後、研磨した基板表面を酸洗浄することで基板 表面に付着している研磨粉を除去し、更に基板表面をア ルカリ洗浄することで表面平均粗さ(Ra)をRa<0.

3

用ガラス基板の製造方法。

【請求項12】 温度50℃で濃度0.1wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが30nm/min以下となる組成の原料を溶融せしめた後所定形状の基板に成形し、次いで、この基板表面を研磨粉を用いて研磨し、この後、研磨した基板表面を酸洗浄することで基板表面に付着している研磨粉を除去し、更に基板表面をアルカリ洗浄することで表面平均粗さ(Ra)をRa<0.3nmに保つようにしたことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項13】 請求項11または請求項12に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、前記酸洗浄に用いる酸は濃度が0.01~5重量%の硫酸であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項14】 請求項11または請求項12に記載の情報記録媒体用ガラス基板において、前記酸洗浄に用いる酸は濃度が0.002~1重量%のフッ酸であることを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項15】 請求項1乃至請求項10に記載の情報 記録媒体用ガラス基板の表面に磁性層等の記録層を形成 20 したことを特徴とする情報記録媒体。

#### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク等の情報記録媒体用ガラス基板のうち、特に、表面平滑性に優れた高耐酸性ガラス基板に関する。

## [0002]

【従来の技術】情報記録媒体用の基板として、一般には アルミニウム基板が用いられる。しかし、アルミニウム 基板は表面の平滑性を上げることが困難な面があり、高 密度記録用のディスクには不適である。そこで、表面硬 度が高く、研磨により高い平滑性を得られるガラス基板 が用いられている。

【0003】情報記録媒体用ガラス基板は、溶融した原料をフロート成形、ロッド成形、プレス成形などの方法により成形し、必要であれば所定の形状に切断した後に、研磨により厚み、表面平滑性を所定の範囲に調整して作製される。さらに、必要に応じてイオン交換などの強化処理が行われる。従って、基板の表面には研磨剤を主とした微小な異物が付着している。これらの異物は通常の洗浄では完全には除去できないが、従来は大きなはい、情報記録媒体へッドと記録媒体の間隙がより狭くなり、微小な異物であってもヘッドと衝突してエラーやクラッシュの原因になるため、これらをより完全に除去り、微小な異物であってもヘッドと衝突してエラーやクラッシュの原因になるため、これらをより完全に除する必要がある。これは容易ではないが、硫酸、フッ酸等、酸を用いて付着物を溶解、または基板表面をエッチングすれば効率的に実施できる。

【0004】化学強化に適したガラス組成として、特公 昭46-4271号公報には、重量分率で、1~5%のMgO、0 50

~5%のK2O、5~25%のNa2O、5~25%のA12O3+ ZrO2および、SiO2から成り、これらの合計が組成全 体の80%以上である化学的強化ガラスについて開示され ている。しかし、この先行技術に示されたガラスは耐酸 性が悪く、異物除去のために酸処理を用いることはでき ない。

【0005】耐酸性を向上させた化学強化ガラスとして、特開平5-32431号公報には、重量分率で、62~75%のSiO2、5~15%のA12O3、4~10%のLi2O、4~12%のNa2O、5.5~15%のZrO2を含み、Na2O/ZrO2の重量比が0.5~2.0、A12O3/ZrO2の重量比が0.4~2.5である化学強化ガラスについて開示されている。しかし、この特許では表面凹凸と耐酸性の因果関係は示されていない。さらには、この先行技術に記載のガラスは、ZrO2を多量に含むため、ZrO2が微細な結晶となってガラス中に析出しやすく、これが研磨後の表面に突出し、エラーやヘッドクラッシュの原因になるおそれがある。

【0006】また、特開昭62-187140号公報には、重量分率で、 $64\sim70\%$ のSiO2、 $14\sim20\%$ のA12O3、 $4\sim6$ %のLi2O、 $7\sim10\%$ のNa2O、 $0\sim4\%$ のMgO、 $0\sim1.5$ %のZrO2からなる化学強化ガラスについて開示されている。しかし、この先行技術においても、表面凹凸と耐酸性の因果関係は何ら示されていない。

【0007】特開平9-22525号公報には、磁気ディスク 用ガラス基板の製造方法として、強化処理液から引き上 げたガラス基板を酸を含む溶液で洗浄する工程が開示さ れている。しかし、この先行技術は化学強化塩のみの除 去を目的としている。さらに、この特許は、基板が必要 とする耐酸性については何ら触れておらず、更に、本特 許で問題としているレベルの表面平滑性に関する示唆も 記載も認められない。

#### [0008]

30

【発明が解決しようとする課題】本発明では、酸処理により容易に高清浄度、高平滑性が得られる情報記録媒体用ガラス基板、当該情報記録媒体用ガラス基板の製造方法および当該製造方法によって得られる情報記録媒体を提供することを目的とする。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】上記課題を解決すべく本発明は、少なくとも一面側を記録面とした情報記録媒体用ガラス基板において、このガラス基板の耐酸性は、温度 50 %、濃度 0.1 wt%のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが 45 nm/min以下で、且つガラス基板の少なくとも記録面の平均面粗さ(Ra)は、Ra <0.3 nmとした情報記録媒体である。

【0010】ガラスを酸によりエッチングすると、ガラスの成分は一様に溶解するのではなく、酸に弱い成分が優先的に溶出し、次いで酸に強い成分が徐々に溶出する。ここで酸に弱い成分とはアルカリ、アルカリ土類、

アルミナ等であり、酸に強い成分はシリカ、ジルコニア、チタニアなどである。従って、酸で処理したガラスの表面を微視的に見ると、主にシリカ、ジルコニア、チタニア等の網目構造からなる多孔質層が形成される。この状態の基板に対し、前記多孔質層や油脂などの除去を目的としたアルカリ洗浄を行うと、耐酸性の低い基板では、前記多孔質層が不均一に溶解するため、小孔が顕在化して表面に凹凸が発生し、情報記録媒体に必要な平滑性を保つことができない。本発明では、酸処理後のアルカリ洗浄において基板の平滑性(表面平均粗さ)をRa<0.3 nmに保つためには、耐酸性の指標として、基板用ガラスの温度50℃における0.1重量%フッ酸水溶液によるエッチングレートが45nm/min以下でなくてはならないことを見出した。

【0011】本発明において酸性の薬液は、研磨剤自体を溶解するか、もしくはガラス基板表面をエッチングすることにより、研磨剤を除去する役割を果たす。無機酸ではフッ酸、フッ酸とフッ化アンモニウムとの混合物、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸など、有機酸ではスルファミン酸、ギ酸、シュウ酸、クエン酸、リンゴ酸、ヒドロキシ酢酸、グルコン酸等を用いる。

【0012】また、酸洗浄のみでも表面に付着している研磨剤が除去されるので、表面は十分に平坦になる。しかしながら、研磨剤がガラス基板表面に埋まっている場合があり、このような研磨剤が酸洗浄にて除去されると、その部分が微小凹部となって残り、脆い変質層を形成する。そこで、アルカリ洗浄することで基板を穏やかにエッチングし前記微小凹部を均し、表面をより平坦化することが可能となる。

【0013】最も一般的に用いられる酸化セリウムを主成分とした研磨剤は、硫酸水溶液で溶解させることにより最も効率よく除去できる。処理に用いる硫酸の濃度が0.01重量%未満では除去能力が不足し、5重量%を超えるとガラスの微細な疵を顕在化させる原因になる。従って、硫酸の濃度は、0.01~5重量%が好ましい。この条件で平滑性を維持するためには、基板ガラスの温度50℃における0.1%フッ酸によるエッチングレートが45nm/min以下であることが望ましい。

【0014】また、酸化セリウム以外の研磨剤を用いた場合であっても、フッ酸など、エッチング効果の高い酸で基板表面をエッチングすることにより、付着した研磨剤をその種類によらず除去できる。処理に用いるフッ酸の濃度が0.002重量%未満では除去能力が不足し、1重量%を超えるとガラスの微細な疵を顕在化させる原因になる。従って、フッ酸の濃度は0.002~1重量%が好ましい。この処理はガラスに高い耐酸性を要求し、平滑性を維持するためには、基板ガラスの温度50℃における0.1%フッ酸によるエッチングレートが30nm/min以下であることが望ましい。

【0015】0.1%フッ酸によるエッチングレートが45nm/min以下との条件を満たす組成としては、モル分率で示したSiO2とA12O3の差(SiO2-A12O3)が56.5%以上で、SiO2:63~70%、A12O3:4~11%、Li2O:5~11%、Na2O:6~14%、K2O:0~2%、TiO2:0~5%、ZrO2:0~2.5%、RO:2~15%(ただしRO=MgO+CaO+SrO+BaOでかつ、MgO:0~6%、CaO:1~9%、SrO:0~3%、BaO:0~2%)および3%以下のその他の成分から成るものが、ガラスの溶解性および、基板の耐候性の面から好ましい。(以後、ガラス組成を示す場合、特に断らない限りモル分率を用いる。)

【0016】また、0.1%フッ酸によるエッチングレートが30nm/min以下であるとの条件を満たす組成としては、前述の組成のうち、A1-Siが58.5%以上である組成が、ガラスの溶解性および、基板の耐候性の面から好ましい。

【0017】さらに、溶解性の面からは、上述の組成の うち、 $Ti02:0\sim3\%$ 、 $Zr02:0\sim2\%$ である組成が、失透 温度が低くより有利である。

【0018】組成の限定理由は次の通りである。0.1%フッ酸によるエッチングレートはモル分率で示したSiO2-A12O3に強く依存し、これを56.5%未満とした場合、その他の成分の調整でエッチングレートを45nm/min以下にするためにはアルカリ成分を極端に減らす必要がある。このような組成は溶解温度が高く、さらにはイオン交換による化学強化が困難となる。SiO2-A12O3が58.5%以下でエッチングレート30nm/min以下とする場合も同様の問題を生じる。従って、同エッチングレートを45nm/min、30nm/min以下にするには、SiO2-A12O3をそれぞれ56.5、58.5%以上にすることが好ましい。

【0019】SiO2はガラスを構成する主要成分であり、その割合が63%未満になるとガラスの化学的耐久性が悪化する。一方、70%を超えると粘度が上がり溶融が困難になる。従ってSiO2の割合は63%~70%が好ましい。

【0020】A12O3はイオン交換による圧縮応力層の深さを増大させ、かつガラスの耐水性を向上させる成分である。その割合が4%未満では、これらの効果が十分に現れない。一方、その割合が11%を超えると粘度が上がり、かつそれ以上に液相温度が上昇し、溶解性が悪化する。従ってA12O3の割合は4~11%以下、更には6~11%が好ましい。

【0021】Li2Oはイオン交換において交換される成分であるとともに、溶解性を高める成分である。その比率が5%未満ではイオン交換後の圧縮応力が不足し、かつ粘性が高く溶融が困難になる。一方、11%を超えると基板の耐候性、耐酸性が悪化する。従って、Li2Oの割50 合は5%~11%が好ましい。

,

【0022】Na2Oはイオン交換において交換される成分であるとともに、溶解性を高める成分である。その比率が6%未満では、イオン交換後の圧縮応力が不足し、かつ粘性が高く溶融が困難になる。一方、14%を超えると耐候性、耐酸性が悪化する。従って、Na2Oの割合は14%以下が好ましい。

【0023】K2Oは溶解性を高める成分であるが、2%を超えると耐候性が悪化し、かつイオン交換後の表面圧縮応力が低下する。従って、K2Oの割合は2%以下が好ましい。

【0024】TiO2はガラスの耐候性を向上させる成分であるが、5%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、対失透性が悪化する。従ってTiO2の割合は5%以下が好ましく、3%以下がより好ましい。

【0025】ZrO2はガラスの耐候性を向上させる成分であるが、2.5%を超えると溶融時に微細な結晶として析出する可能性が高まる。従ってZrO2の割合は2.5%以下が好ましく、2%以下がより好ましい。

【0026】MgOはガラスの溶解性を高める成分であるが、6%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透性が悪化する。従って、MgOの割合は6%以下、更には4.5%以下が好ましい。

【0027】CaOは、ガラスの溶解性を高めると共に熱膨張係数を増加させる成分であるが、2%未満ではその効果が小さい。ただし、SrOおよびBaOの何れか一方または両方が共存する場合には、CaOの効果は1%以上でよく発現する。一方7.5%を超えるとガラスの液相温度が上昇する傾向にあり、9%を超えるとそれが顕著になる。したがって、CaOの割合は1~9%、さらには2~7.5%が好ましい。

【0028】SrOは、ガラスの溶解性を高めると共に 熱膨張係数を増加させる成分であり、熱膨張係数を増加 させる効果はCaOより高い。しかし、多量に含まれると、ガラスの比重が高くなる。

【0029】BaOは、ガラスの溶解性を高めると共に 熱膨張係数を増加させる成分であり、熱膨張係数を増加 させる効果はCaO、SrOより高い。しかし、多量に含 まれると、ガラスの比重が高くなる。

【0030】また、MgO+CaO+SrO+BaO(RO)の合計量が2%より少なければ溶解性が不十分であり、15%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透10性が悪化する。従って、ROの合計量は2~15%、さらには2~12%が好ましい。

【0031】また、これらの成分以外に、着色、溶解時の清澄などを目的とし、例えばAs2O3、Sb2O3、SO3、SnO2、Fe2O3、CoO、C1、F等、その他の成分を合計で3%を上限として加えることができる。

【0032】これらのガラス基板はリチウムを含むので、カリウム、ナトリウムもしくはその両方のイオンを含む溶融塩中でイオン交換を行い、表面に圧縮応力を与えることにより、破壊強度を向上することができる。

【0033】これらのガラス基板を用いて情報記録媒体 を作製すると、表面平滑性が高く、異物による突起ない ため、磁気ヘッドの浮上高さを下げることができ、高密 度記録に適する。

【0034】なお、ここで記載の酸処理は、鏡面研磨工程から、記録層の成膜の直前までのいずれの時点でも実施可能である。

[0035]

【発明の実施の形態】以下に、本発明について実例を挙げて詳細に説明する。表1~表4に本特許の実施例である31種類の実施例および3種類の比較例を示す。

[0036]

【表1】

						米局別	4					
	<b>1</b>	-	2	3	4	2	9	7	8	6	9	
	SiO,	67.78	67.78	67.32	66.31	67.50	68.00	66.62	66.00	66.50	66.84	
	Al,O,	7,18	7.18	7.11	7.07	8.50	9.00	8.60	8.50	9.50	9.87	9
	Li,o	5.37	5.37	5.31	5.21	8.00	8.00	6.43	8.00	9.00	7.38	
	NazO	11.04	11.04	10.93	12.27	8,54	7.54	10.85	8.54	12.00	8.56	
	K <sub>2</sub> O	0.19	0.19	0.18	0.17	0.00	00.0	0.18	00:0	0.00	0.18	
組成、mol%	MgO	2.60	3.41	1.87	2.81	2.98	2.98	2.96	2.98	0.00	2.88	
	CaO	3.90	5.04	7.27	4.14	4.48	4.48	4.37	4.48	3.00	4.25	
	SrO	0	0	0	1.98	0	0	0	0	0	٥	
	BaO	1.95	o	0	0	0	0	0	0	0	0	
	TiO,	0	0	0	0	0	0	0	1.5	0	0	
	ZrO,	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	(6
	SiO,-Al,O <sub>3</sub>	60.60	60.60	60,21	59.24	59.00	59.00	58.02	57.50	57.00	56.97	
	Ro	16.60	16.60	18.48	17.65	16.54	15.54	17.46	16.54	21.06	16.12	
	윤	8.45	8.45	8.94	8.93	7.46	7.46	7.33	7.46	3.00	7.13	
明整映	溶融温度 Tw. Sc	1518	1535	1501	1477	1563	1580	1543	1535	1530	1579	_
作業温	作業温度 Tw. C	1035	1047	1029	1002	1039	1069	1050	1046	1009	1068	
沒相過	液相温度 T. C	認めず	1020	1023	認的す	1004	1041	1004	1003	認的可	1038	
ľ-w⊤	Tw-T1, °C	105以上	27	9	72以上	35	28	46	43	79以上	30	
密度、	密度、g/cm³	2.56	2.47	2.49	2.56	2.47	2.46	2.47	2.49	2.47	2.47	
平均勢膨張係数.×10-2°C-1.	(10 <sup>-7°</sup> C <sup>-1</sup> , 50~350°C	88	93	94	93	89	86	92	88	94	87	
アングレート、nm		13	12	14	18	21	21	31	32	88	42	
<b>光净後表面粗片</b> , R	硫酸、1%	0.26	0.26	0.27	0.27	0.28	0.26	72.0	0.26	0.28	0.29	
a, nm	フッ酸、0.005%	0.26	0.26	0.27	0.27	0.28	0.27	0.34	0.36	0.48	0.59	10
凸部数、3nm以上、	硫酸、1%	15	10	13	18	12	13	17	4-	14	- 18	
個/50x50 µm	J.V.R. 0.005%	18	12	14	16	5	9	6	18	20	366	

						実施例	5例				
	1	=	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	H	67.51	67.22	68.62	64.84	64.84	86.84	68.84	65.42	68.42	67.51
<i>.</i>	ŧ.	5.93	6.87	6.87	5.87	5.87	7.87	5.87	6.87	7.01	5.93
. •	•	5.43	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	7.38	8.88	5.49	9.47
•	Na <sub>2</sub> O	12.69	12.06	12.06	11.56	10.56	10.56	10.56	10.56	9.75	8.65
•	i	0.18	0.00	0.00	0.18	0,18	0.18	0.18	00.0	2.00	0.18
組成、mol%	ŧ	0.89	1.88	4.28	2.88	5.38	1.38	2.88	1.88	2.94	0.89
	CaO	7.32	4.55	2.75	7.25	5.75	1.75	4.25	6.35	4.34	7.32
	i	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
•	i	0	0	0	0	0	4	0	0	0	O
•	TiO <sub>2</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
-	Zr0 <sub>2</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	SiO <sub>2</sub> -AI <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	61.58	60.35	59.75	58.97	58.97	58.97	62.97	58.55	61.41	61.58
•	R <sub>2</sub> O	18.29	19.43	19.43	19.11	18.11	18.11	18.11	19.43	17.24	18.29
	RO	8.21	6.43	7.03	10.13	11.13	7.13	7.13	8.23	7.28	8.21
溶融温度	Ţ	1	1503	1532	_	_	1511	1539	1491	1551	s
作業温度 Tw	€ Tw.°C	-	1006	1012	ı	I	1008	1008	1002	1064	,
液相温度 1	د [	1017	945	924	1006	1036	925	923	961	986	1013
C°.1_™1	ပ		61	88	ı	ı	83	85	41	88	1
密度、g/cm³	g/cm³	2.50	2.47	2.47	2.51	2.50	2.61	2.46	2.49	2.46	2.48
中乜悠影般依教、×	平均熱膨張係数,×10-7°C-1,50~350°C	86	86	96	96	96	96	96	96	98	93
エッチングフート、nm/min、50°C 0.1%フッ酸	/min、50°C 0.1%フッ酸	13	16	18	26	97	33	9	23	20	ထ
洗净後表面粗含、R	硫酸、1%	0.28	0.28	0.29	0.27	0.29	0.29	0.27	0.28	0.25	0.29
a, nm	フツ酸、0.005%	0.26	0.26	0.26	0.28	0.29	0.29	0.28	0.29	0.26	0.26
凸部数、3nm以上、	硫酸、1%	10	12	16	22	22	.22	6	21	8	14
個/50×50 µ m	フッ酸、0.005%	12	36	43	12	16	69	35	14	132	36

【表3】

			13									(	8)											าง 1		<i>_</i> 0
	31	67.51	5.93	5.43	12.69	0.18	5.94	2.27	0	o	0	0	61.58	18.29	8.21	1540	1043	971	72	2.47	93	10	0.27	0.26	11	27
	30	67.84	6.87	7.38	10.56	0.18	2.88	4.25	0	0	0	0	60.97	18.11	7.13	1540	1014	963	51	2.47	93	12	0.28	0.26	11	33
	29	66.84	7.87	7.38	10.06	99.0	2.38	3.25	٥	٥	1.5	0	58.97	18.11	5.63	1516	1050	923	127	2.47	06	18	0.25	0.28	6	18
	28	66.84	7.87	7.38	10.56	0.18	1.88	5.25	0	٥	٥	0	58.97	18.11	7.13	1527	1016	971	45	2.48	94	22	0.28	0.28	15	6
	27	66.84	7.87	6.38	11.56	0.18	2.88	4.25	0	0	0	0	58.97	18.11	7.13	1531	1037	982	22	2.47	92	24	0.27	0.28	14	10
実施例	.92	66.84	7.87	7.38	10.06	0.68	2.38	3.25	1.5	0	0	0	58.97	18.11	7.13	1504	1005	938	67	2.49	94	20	0.28	0.30	14	95
	25	65.52	8.87	7.38	10.56	0.00	3.08	4.55	0	0	0	0	56.65	17.93	7.63	1536	1030	995	35	2.48	06	35	0.26	0.62	23	189
	24	67.18	7.01	9.57	8.73	0.18	2.94	4.34	0	0	0	0	60.17	18.48	7.28	1551	1005	896	37	2.46	91	13	0.29	0.26	16	35
	23	66.84	7.87	7.38	10.56	0.18	2.88	4.25	0	0	0	0	58.97	18.11	7.13	1540	1024	066	34	2.47	85	62	0.28	0.28	45	6
	22	67.84	6.87	7.38	10.56	0.18	0.88	6.25	0	0	0	0	60.97	18.11	7.13	ì	1	1006	1	2.48	76	13	0.28	0.26	10	20
	21	67.82	6.87	8.88	10.56	00'0	3.08	2.75	0	0	0	0	96'09	19.43	5.83	1546	1005	910	95	2.46	. 86	14	0.29	0.26	11	54
		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Li <sub>2</sub> O		K <sub>2</sub> O	MgO		SrO	BaO	TIO2	ZrO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	R <sub>2</sub> O	RO	E T <sub>M</sub> , °C	€Tw.°C	£ T, °C	ر د.	g/cm³	0-7°C-1, 50~350°C	/min、50°C 0.1%フッ酸	硫酸、1%	フツ酸、0.005%	硫酸、1%	フッ酸、0.005%
				•	•	<i></i>	組成、mol%	•	·	•	•					溶融温度 T.N.	作業温度 1㎡、℃	液相温度	T-WT	密度、g/cm³	平均熱膨張係数, x1	エッチングレート、nm/min、50°C 0.1	洗浄後表面粗さ、R	a, nm	凸部数、3nm以上、	個/50x50 m m

	<b>\</b> -,					
15				16		
			比較例			
		11	2	3		
	SiO <sub>2</sub>	65.87	66.00	64.20		
	$Al_2O_3$	9.84	11.00	11.30		
	Li₂O	7.38	8.00	6.20		
	Na <sub>2</sub> O	9.56	9.05	8.30		
	K₂O	0.18	0.00	2.00		
組成、mol%	MgO	2.88	2.38	2.00		
	CaO	4.25	3.57	6.00		
	SrO	0	0	0		
	BaO	0	0	0		
	TiO <sub>2</sub>	0	0	0		
	ZrO <sub>2</sub>	0	0	0		
	SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	56.03	55.00	52.90		
	R₂O	17.12	17.05	16.50		
	RO	7.13	5.95	8.00		
溶融温原	度 T <sub>M</sub> 、℃	1556	1590	1579		
	Œ T <sub>W</sub> 、℃	1055	1075	1093		
	更 T <sub>L</sub> 、℃	1016	987	1075		
	_, °C	39	88	18		
	g/cm <sup>3</sup>	2.47	2.47	2.49		
平均勢膨張係数 x	10 <sup>-7</sup> °C <sup>-1</sup> , 50~350°C	89	87	91		
エッチングレート、nm	/min、50°C 0.1%フッ酸	57	113	174		
洗浄後表面粗さ、R	硫酸、1%	0.41	0.49	0.58		
a. nm	フッ酸、0.005%	0.26	0.26	1.1		
凸部数、3nm以上、	硫酸、1%	26	39	70		
ATT AND SO				1004		

フッ酸、0.005%

【0037】基板ガラスの母材は次のようにして作製し た。表1~4に示した組成となるように通常のガラス原 30 料であるシリカ、アルミナ、炭酸リチウム、炭酸ナトリ ウム、塩基性炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸 カリウム、炭酸ストロンチウム、炭酸バリウム、チタニ ア、ジルコニアなどを用いてバッチを調合した。調合し たバッチは白金ルツボを用いて1550℃で4時間保持し、 鉄板上に流し出した。このガラスを550℃で2時間保温し た後、10時間かけて450℃まで徐々に温度を下げ、その 後電源を切り、室温まで放冷して試料ガラスとした。

個/50x50μm

【0038】試料ガラスの特性として、溶融温度Tm(1 og η = 2 の温度)、作業温度 Tw (log η = 4 の温度)、 液相温度T1、作業温度と液相温度の差Tw-T1、50 ~350℃の平均熱膨張係数の測定結果を表1~4に示 す。高温域の粘性は白金球引き上げ式自動粘度測定装置 にて測定した。

【0039】液相温度は次のようにして測定した。試料 ガラスを粉砕し、2380 $\mu$ mのフルイを通過し、1000 $\mu$ m のフルイ上に留まったガラス粒をエタノールに浸漬し、 超音波洗浄した後、高温槽で乾燥させた。幅12mm、長さ 200mm、深さ10mmの白金ボート上に前記ガラス粒25gをほ ぼ一定の厚さになるように入れ、930~1180℃の勾配炉

内に2時間保持した後、炉から取り出し、ガラス内部に 発生した失透を40倍の光学顕微鏡にて観察し、失透が観 察された最高温度をもって液相温度とした。また、熱膨 張係数は、試料ガラスを直径5mm、長さ15mmの円 筒形状に研削加工し、それを市販の熱膨張率測定装置を 用いて測定した。

835

583

1621

【0040】これらの実施例はいずれもTm<1580℃、 Tw<1100℃かつTl<Twであるので溶解性、成形性に 優れ、従って異物、反りなどのない高品質の基板が得ら

【0041】50℃の温度下で、0.1重量%のフッ酸を用 いてエッチングを行った場合の1分間あたりのエッチン グレートを表1~4に示す。エッチングレートは次のよ うにして測定した。

【0042】上記試料ガラスを外径65mm×内径20mmのド ーナッツ状に切り出し、鏡面研磨(Ra=0.25nm以下)し て厚さ0.635mmとし、その後純水で洗浄してサンプル基 板とした。この基板の一部にマスキングを施した後、50 **℃の0.1%フッ酸に2.5分間潰漬し、水洗した後にマスキ** ングを剥がし、マスキング部分とエッチング部分の境界 の段差を表面凹凸計(TENCORINSTRUMENT製 α-STEP50 50 0) により測定し、エッチングレートを算出した。

【0043】また、各組成の基板を2種類の条件で処理 した場合の表面粗さRaを表1~4に示す。Raは次の方法 により測定した。エッチングレート測定用基板と同様の 手順により作製した基板を表1~4に示した50℃の酸性 溶液に2.5分間浸漬し、その後50℃のアルカリ溶液(K 〇日水溶液、pH11) に2.5分間浸漬した。これを純水 中で洗浄、乾燥した後、走査型プローブ顕微鏡 (SPM S II製 SPI3700) を用いて $5\mu$  m× $5\mu$  mの視野を観察 し、平均面粗さRaを算出した。ここでのRaとは、JIS B 0601で定義される中心線平均粗さを面に適用できるよう 3次元に拡張したものであり、次式により算出した。

[0044]

【数1】Ra=(1/n)  $\Sigma i=1\sim n$  abs (Zi-Zo)

n :顕微鏡のデータ点の数

abs:絶対値

Zi:i番目のデータ点の高さ

Zo:全Ziの平均値

【0045】表1~4のうち、温度50℃の0.1%フッ酸 によるエッチングレートと洗浄処理後の表面粗さとの関 係を示したグラフを図1に示す。処理に用いる酸の種類 20 にもよるが、エッチングレートが30~60nm/minの領域 で、洗浄処理後のガラスの表面粗さが大きく変化する。 エッチングレートが30nm/min、45nm/minを超えるガラ スを、それぞれ0.005%フッ酸、1%硫酸で処理した場 合、処理後のRaを目標とした表面凹凸のレベルであるRa =0.3nm未満に保つことができない。

【0046】表1~4のうち、SiO2-Al2O3と、 0.1%フッ酸によるエッチングレートとの関係を示した グラフを図2に示す。エッチングレートとSiO2-A 1203は非常に強い相関を持つ。エッチングレートが4 5、30nm/minとなるSiO2-Al2O3の値はそれぞれ5 6.5および58.5%である。

【0047】比較例は、0.1%フッ酸によるエッチング レートが60nm/minを超える。そのため酸処理後の表面 粗さRaが0.3nm以上になる。比較例では、酸処理によっ て異物を除去し、さらに洗浄後の平滑性を保つのは実質 的に不可能である。

【0048】これに対し、実施例1~31は、0.1%フ ッ酸によるエッチングレートが45nm/min以下である。 従って1%以下の硫酸を用いて表面の異物を除去した後 の表面粗さをRa=0.3nm以下に保つことができる。

【0049】さらに、実施例1~6は、0.1%フッ酸に よるエッチングレートが30nm/min以下である。従って 0.005%フッ酸を用いて表面の異物を除去した後の表面 粗さをRa=0.3nm未満に保つことができる。

【0050】また実施例1~31および比較例1~3の 組成のガラスについて、上述の表面粗さ測定と同様の手 順で50℃の0.005%フッ酸に2.5分間、その後アルカリ溶 液(KOH水溶液、pH11)に浸漬してサンプルを作 製した。これを走査型プローブ顕微鏡を用いて50×5 50

0 nmの視野で観察し、表面に存在する高さ3 nm以上 の凸部をカウントした。その結果を表1~4に示す。実 施例1~31のガラスは、耐酸性が十分に高いので、酸 による荒れが起こらず高さ3 n m以上の凸部の数が50 0個以下であった。次いで、実施例10の組成のガラス について、上記のフッ酸への浸漬を行わず、アルカリ溶 液(KOH水溶液、pH11)にのみ浸漬してサンプル を作製し、上記同様に高さ3nm以上の凸部をカウント した。その結果、凸部の数は4100個/50μm口で あった。この結果を実施例10(フッ酸に浸漬した場 合) の366個/50μm□と比較すると、酸洗浄を行 うことにより、 $50 \mu m \times 50 \mu m$ のエリア内での高さ 3 n m以上の凸部の数が500個以下になることが判 る。また、実施例10において、酸洗浄の前後でガラス に付着するセリウムの量を測定したところ、洗浄前が3  $2 \mu g$ 、洗浄後が  $0.6 \mu g$  であり、酸洗浄によるセリ ウムの除去率は98%であった。このことから、高さ3 nm以上の凸部の多くがガラス表面に残っている研磨剤 であり、それが酸洗浄により効率的に除去されているこ とが判る。

【0051】さらに、本実施例に記載のガラスを、380 **℃に加熱したKNO3:NaNO3=80:20の混合溶融塩** に1時間浸漬して化学強化した後、偏光顕微鏡により圧 縮応力層の厚みを観察した。これらのいずれも、厚さ50 μm以上の圧縮応力層が得られ、化学強化に適した組成 であることが示された。

【0052】次いで、本特許の実施例の実際の情報記録 媒体用基板への適用について記す。エッチングレート測 定用サンプルと同様の工程により、外径65mm×内径20m m、厚さ0.635mm、表面荒さRa=0.25nmのディスクを作 製した。

【0053】このディスクを温度50℃の0.005%フッ酸 により洗浄して表面の異物を除去し、さらに温度50℃、 pH11のKOH水溶液、超純水で順次洗浄することにより清 浄な平滑面を得た。

【0054】さらに、この本実施例に記載のガラスを、 380℃に加熱したKNO3: NaNO3=80: 20の混合溶融 塩に1時間浸漬して化学強化し、情報記録媒体用基板と した。

【0055】次に以上のようにして作製した情報記録媒 体用基板を用いて、情報記録媒体を以下のように作製し た。

【0056】上記の情報記録媒体用基板に、下地層とし てCrを、記録層としてCo-Cr-Taを、保護層としてCを、 それぞれスパッタリング法を用いて形成した。さらに潤 滑層を形成して、情報記録媒体を得た。

【0057】このようにして得た媒体をランプロード方 式のディスクドライブに装着し、4,500回転で連続 動作試験を行った。その結果、異物とヘッドの衝突によ るエラー、ヘッドのクラッシュは発生せず、低グライド

30

ハイトの磁気ディスクドライブに好適であることが確認 された。

19

### [0058]

【発明の効果】以上のように、本発明の情報記録媒体基板用ガラス基板は、温度  $50^{\circ}$  、濃度 0.1 wt %のフッ酸に接触させた時のエッチングレートが 45 n m/m i n以下であるので、基板表面に付着した異物を酸処理によって除去でき、この酸処理とアルカリ処理を組み合わせることで、記録面の微小凹凸面の平均面粗さ(Ra)をRa<0.3 n mとすることができる。その結果、エ \*10

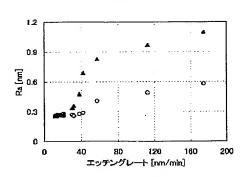
\* ラー率の低い優れた高密度情報記録装置を得ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

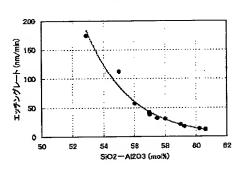
【図1】温度50℃の0.1%フッ酸によるエッチングレートと酸処理およびアルカリ洗浄を実施した後の基板表面のRaとの関係。▲は酸処理に0.005%フッ酸を用いた場合、○は1%硫酸を用いた場合のRaである。

【図2】温度50℃の0.1%フッ酸によるエッチングレートとSiO2-Al2O3の関係を示す図

【図1】



## [図2]



### フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

G 1 1 B 5/73 5/84

-, --

(72) 発明者 山本 信行

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内

(72) 発明者 斉藤 靖弘

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内 FΙ

テーマコード(参考)

G11B 5/73

5/84

Z

(72) 発明者 三谷 一石

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内

(72) 発明者 安宅 功一

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内

(72) 発明者 松野 好洋

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内